

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-329067

(43)Date of publication of application : 27.11.2001

(51)Int.Cl. C08J 3/12
// C08L 33:04

(21)Application number : 2000-149069

(71)Applicant : MITSUBISHI RAYON CO LTD

(22)Date of filing : 19.05.2000

(72)Inventor : MATSUMURA KOJI
TORITANI AKIHIRO
TAKEI SEIJI
OSUGA MASAHIRO

(54) MANUFACTURING METHOD OF ACRYLIC POLYMER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain powders of having less fish eyes, excellent in powder characteristics such as handling, fluidity and blocking resistance and further in re-dispersion in melting and kneading with other resins.

SOLUTION: Emulsified polymer latex using an acrylic polymer as a main component is sprayed in a drying oven; at the same time, powder of the acrylic polymer is obtained by sending air for drying from the inlet part of the drying oven; in a manufacturing method of the acrylic polymer recovering this powder from the outlet part of the drying oven, spray of the said latex is performed by a spray nozzle; an air temperature near to the inlet part of the drying oven is set as less than 200° C; and an air temperature near to the outlet part of the drying oven is set as less than a temperature added 30° C to the lowest filming temperature of the said emulsified polymer latex.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.07.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] While spraying into an oven the emulsion-polymerization latex which uses an acrylic polymer as a principal component In the manufacture approach of an acrylic polymer of sending in the air for desiccation from the inlet-port section of an oven, drying said latex, obtaining the fine particles of an acrylic polymer, and collecting these fine particles from the outlet section of an oven Spray the above-mentioned latex by the spray nozzle, and air temperature near [said] the oven inlet-port section is made into less than 200 degrees C. And the manufacture approach of the acrylic polymer characterized by making air temperature near the outlet section of an oven under into the temperature which added 30 degrees C to the minimum membrane formation temperature of the above-mentioned emulsion-polymerization latex.

[Claim 2] The manufacture approach of the acrylic polymer according to claim 1 characterized by the minimum membrane formation temperature of the above-mentioned latex being 50 degrees C or more.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the approach of manufacturing the fine particles of an acrylic polymer, from the emulsion-polymerization latex which uses an acrylic polymer as a principal component. Redispersible [at the time of fine-particles properties, such as a fluidity, carrying out melting kneading with other resin good in detail] is related with the manufacture approach of an acrylic polymer that good fine particles can be obtained.

[0002]

[Description of the Prior Art] Generally the acrylic polymer used as a modifier of various plastics, such as vinyl chloride resin, is manufactured according to an emulsion polymerization. And since the acrylic polymer after an emulsion polymerization finally carries out melting kneading with other resin and is used, they are collected from the emulsion-polymerization latex after an emulsion polymerization (it only considers as a latex hereafter) as fine particles. There is a spray drying method which sprays a latex into direct hot blast and is dried as an approach of collecting acrylic polymers (polymer) from such a latex by fine particles.

[0003] And as fine particles (it may only consider as fine particles hereafter) of the above-mentioned acrylic polymer obtained by doing in this way, in order to use as a modifier, it is required that it should have the fine-particles engine performance as a degree shows.

(1) The handling nature at the time of fine-particles handling, a fluidity, and blocking resistance be excellent. (These properties are hereafter made into a fine-particles property.)

(2) There is little generating of the defect (it considers as a fish eye hereafter) of the shape of a corn which is excellent in the dispersibility at the time of carrying out melting kneading with other resin, such as vinyl chloride resin, (it considers as redispersible hereafter), and originates in the non-distributed object of a modifier.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The fine-particles property of the above (1) becomes so good that it is so **** that the particle diameter of fine particles is conversely small in the structure of fine particles about redispersible [of the above (2)] to getting worse, so that it is so **** that the particle diameter of fine particles is small in the structure of fine particles. Therefore, the service condition of a dryer which can obtain the fine particles with which can be satisfied of the quality demand of the fine particles with which such both disagree is needed.

[0005] For example, in the Japanese-Patent-Application-No. No. 169914 [eight to] official report, the method of setting up the outlet temperature of an oven on the basis of the glass transition temperature (it considering as Following Tg) of a polymer is indicated in the approach of carrying out spray drying of the latex which carried out back catalytic reaction to the initiator. However, in this approach, as the spraying approach of a latex, since the rotation disk was used, there was a problem that the particle diameter of the fine particles obtained was small, and inferior to a fluidity. Moreover, when it was going to collect fine particles with big particle diameter using this rotation disk, fines and coarse powder increased, particle size distribution tended to become extremely large, and, as a result, fine-particles performance degradation might be caused. Moreover, since Tg of a polymer had prescribed the outlet temperature of an oven, control of the exact fine-particles structure of fine particles was not completed, but there was a problem that it could not make good a result, a fine-particles property, and redispersible. This was the same when average Tg (apparent Tg) of a particle was used. Since engine performance various also as a modifier is required of this in the fine particles of the acrylic polymer obtained in recent years, the polymer structure has many which have multilayer structure, and it is thought that it is because Tg generally cannot be specified in such a multilayer-structure object.

[0006] Thus, it is difficult to obtain fine particles excellent in the fine-particles property of the above (1), and both the redispersible properties of (2), and the present condition is that the service condition of a dryer which can obtain the fine particles with which can be satisfied of such fine-particles engine performance is not yet reported.

[0007] In the manufacture approach of an acrylic polymer of this invention having been made in view of said situation, carrying out spray drying of the latex which uses an acrylic polymer as a principal component, and obtaining acrylic polymer powder It excels in fine-particles properties, such as handling nature, a fluidity, and blocking resistance. And it excels in redispersible [at the time of melting kneading with other resin], the service condition which can obtain fine particles with few yields of a fish eye is set up, and it aims at obtaining acrylic polymer powder suitable as a modifier of various plastic resin.

[0008]

[Means for Solving the Problem] this invention persons the fine-particles property of an acrylic polymer, and redispersible While controlling wholeheartedly the particle size of the drop sprayed by using a spray nozzle for the spraying approach of the latex into an oven paying attention to being greatly influenced by the polymer structure which constitutes the particle diameter of fine particles, and fine particles as a result of examination The header invention in this application was completed for the ability to improve the fine-particles property of the acrylic polymer obtained, and redispersible setting the temperature in an oven as specific temperature, and by setting up the temperature near the outlet of an oven especially on the basis of the minimum membrane formation temperature (hereafter referred to as MFT) of a latex. Namely, the manufacture approach of the acrylic polymer of this invention While spraying into an oven the emulsion-polymerization latex which uses an acrylic polymer as a principal component In the manufacture approach of acrylic polymer powder of sending in the air for desiccation from the inlet-port section of an oven, drying a latex, obtaining the fine particles of an acrylic polymer, and collecting these from the outlet section of an oven It is characterized by spraying the above-mentioned latex by the spray nozzle, and making air temperature of said dryer inlet port into less than 200 degrees C, and making air temperature of a dryer outlet under into the temperature which added 30 degrees C to the minimum membrane formation temperature of the above-mentioned emulsion-polymerization latex. Moreover, in the above-mentioned manufacture approach, it is desirable that the minimum membrane formation temperature of the latex which carries out spray drying is 50 degrees C or more.

[0009]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, this invention is explained to a detail. First, the oven used for this invention is explained. This oven comes to have the spray nozzle which carries out spraying installation of the latex obtained according to the emulsion polymerization at least into a container, the inlet-port section which introduces the air for desiccation which dries the sprayed latex, and the outlet section used as the exhaust port of air and the fine particles after desiccation. Moreover, it is desirable to use the thing to which the above-mentioned spray nozzle was prepared in the oven upper part, were prepared in the oven upper part so that the air for desiccation might hit the latex on which the above-mentioned inlet-port section was sprayed, the above-mentioned outlet section was preferably prepared in the oven lower part, and the air for desiccation descends to the lower part, and it was made to flow from the upper part of an oven. Moreover, such a whole oven configuration especially is not limited, especially the capacity does not have a limit, either and even a large-scale scale [scale / which is used in a laboratory / small-scale] which is used industrially can use it for all.

[0010] As the above-mentioned spray nozzle, the pressure of 0.1-20MPa is put on the latex to spray, and the pressure nozzle which is made to blow off from a nozzle at high speed, and can be atomized is used preferably. The pressurization revolution nozzle which a revolution style is given [nozzle] and makes it blow off to the latex sprayed especially is desirable. It sets to this spray nozzle and is a latex. By adjusting the atomizing pressure at the time of atomizing, the particle diameter of the fine particles obtained can be adjusted, and a latex can be sprayed so that it may become the particle diameter from which the desired fine-particles engine performance is obtained. As particle diameter from which the desired fine-particles engine performance is obtained, since it is based also on the structure of the below-mentioned polymer, according to MFT of the latex at that time etc., it is adjusted suitably. Moreover, according to such an approach, the fine particles of big particle diameter can be obtained as compared with the spraying method using a rotation disk like the conventional example.

[0011] As an air temperature near the inlet-port part of the above-mentioned oven (it considers as inlet temperature hereafter), it is desirable that it is less than 200 degrees C, and it is desirable that it is 190 degrees C or less more preferably. It causes [the welding of the surface part of the fine particles obtained advances, and redispersible / at the time of melting kneading / falls, and] the increment in a fish eye yield and is not desirable when higher than 200 degrees C. Moreover, although the minimum of the above-mentioned inlet temperature does not carry out especially a limit, it is desirable to be suitably set up so that the temperature of the oven outlet section mentioned later may become in a predetermined temperature requirement, and to consider as 140 degrees C or more preferably. The airflow of the air for desiccation will increase extremely that the above-mentioned inlet temperature is less than 140 degrees C.

[0012] As for the air temperature near the outlet part of the above-mentioned oven (it considers as outlet temperature hereafter), it is desirable that it is under the temperature that added 30 degrees C to MFT of the above-mentioned latex. It carries out to under the temperature that added 20 degrees C to MFT preferably especially. Here, in case MFT of a latex produces a film from a latex, it is the minimum temperature which will be in the condition which can form a transparent continuation film, and is a value representing Tg on the front face of a latex particle. Moreover, MFT is correlated with the adhesion force of the polymer particle surface of the latex which is the determinant of fine-particles structure, and also serves as an index which shows said adhesion force.

[0013] Thus, the polymer structure of fine particles can be controlled by carrying out a temperature setup on the basis of MFT, namely, properties, such as the fluidity of fine particles and redispersible, can be controlled by it. Moreover, in the latex made into multilayer polymer structure, the fine-particles property of fine particles and redispersible are controllable similarly. Therefore, when drying the latex from which under the temperature that added 30 degrees C to MFT, then a presentation differ the outlet temperature of an oven and obtaining fine particles, a fine-particles property and redispersible good fine particles can be obtained. When the above-mentioned temperature is higher than the temperature which added 30 degrees C to MFT of a latex, since the welding of the surface part of fine particles advances and redispersible [at the time of melting kneading of fine particles] falls, it causes the increment in fish eye generating and is not desirable. Moreover, oven Although especially the minimum of

the air temperature of an outlet does not restrict, it is desirable that it is higher than 50 degrees C. It becomes [for it to be 50 degrees C or less] powder inadequate in desiccation and is not desirable.

[0014] As a measuring method of MFT of the above-mentioned latex, heating or a cooling system is formed in the both ends of the aluminum plate manufacturing installed horizontally first, and a temperature gradient is given to aluminum plate manufacturing. Next, after extending a latex thinly and making homogeneity dry it on the aluminum plate manufacturing which gave said temperature gradient, a latex measures the minimum temperature which forms a transparent continuation film, and sets this to MFT.

[0015] Thus, since the particle diameter of the fine particles obtained is based also on the polymer structure of fine particles, a definition cannot generally be given, but since the fine-particles engine performance is bad, what has low Tg (or MFT) essentially needs to set up particle diameter more greatly as compared with what has a high glass transition temperature (or MFT). Therefore, 60-300 micrometers of particle diameter are more preferably set to 100-200 micrometers. If particle diameter causes the fall of the handling nature of fine particles, a fluidity, and blocking resistance and exceeds 300 micrometers by the increment in fines etc. in less than 60 micrometers, in case it will mix with resin powder, such as vinyl chloride resin, it becomes easy to classify and it becomes impossible to mix to homogeneity.

[0016] the manufacture approach of the above-mentioned acrylic polymer powder -- although especially the emulsion-polymerization latex that uses as a principal component the acrylic polymer used by being is not restricted, a thing 20 degrees C or more has desirable MFT. When MFT is lower than 20 degrees C, oven outlet temperature becomes 50 degrees C or less, and it becomes inadequate drying it. Concretely such a latex Methyl acrylate, ethyl acrylate, Butyl acrylate, propylacrylate, 2-ethylhexyl acrylate, Allyl compound acrylate, glycidyl acrylate, methyl methacrylate, Ethyl methacrylate, butyl methacrylate, propyl methacrylate. It is the thing of copolymerization, a seed polymerization, or the compound-sized resin constituent that carried out graft polymerization about one sort or two sorts or more in acrylic monomers, such as 2-ethylhexyl methacrylate, allyl compound methacrylate, glycidyl methacrylate, acrylamide, and acrylonitrile. Preferably, it is desirable that the above-mentioned acrylic monomer is included 50% of the weight or more.

[0017] Moreover, it is also possible to use it as monomers other than the above-mentioned acrylic monomer, carrying out little ***** of the monomer which can be used for emulsion polymerizations, such as styrene, alpha methyl styrene, 1,3-butadiene, vinyl acetate, and vinylpyridine. In addition, it is also possible to use chain transfer agents, such as cross linking agents, such as a divinylbenzene, 1-3 butylene dimethacrylate, allyl compound methacrylate, and glycidyl methacrylate, mercaptans, and tele pens, collectively.

[0018] Especially as a polymerization initiator used for the emulsion polymerization of the above-mentioned acrylic polymer, although not limited, the redox system initiator which used organic-acid-peroxide ****, such as water-soluble persulfuric acid, such as potassium persulfate, sodium persulfate, and ammonium persulfate, diisopropylbenzene hydronalium peroxide, p-menthonaphtene hydroperoxide, KYUME in hydroperoxide, and t-butyl hydroperoxide, as one component can be used.

[0019] Especially as an emulsifier used for the emulsion polymerization of the above-mentioned acrylic polymer, although not limited, sulfonic-acid alkali-metal salts, such as an alkali-metal salt of higher fatty acids, such as a disproportionation rosin acid, oleic acid, and stearin acid, and dodecylbenzenesulfonic acid, can be used combining one sort or two sorts or more. There is especially no limit in the emulsion-polymerization approach of a latex and emulsion-polymerization conditions which are used for the manufacture approach of the fine particles of the above-mentioned acrylic polymer, and it can carry out in a well-known approach and well-known conditions conventionally.

[0020] Moreover, although the above-mentioned latex may be independent, you may be the mixture of two or more latexes. Moreover, spray drying of a suitable antioxidant, a suitable additive, etc. for the latex sprayed for antioxidizing within an oven can also be added and carried out. Furthermore, since fine-particles engine performance, such as the blocking resistance of the acrylic polymer fine particles obtained and relative bulk density, is raised, spray drying of minerals bulking agents, such as a silica, talc, and a calcium carbonate, polyacrylate and polyvinyl alcohol, the polyacrylamide, etc. can also be added and carried out.

[0021] In the manufacture approach of the acrylic polymer of this invention, the fine particles of the acrylic polymer which has the desired fine-particles engine performance can be obtained by spraying the above-mentioned emulsion-polymerization latex by the above-mentioned spray nozzle into the oven by which the temperature control was carried out [above-mentioned], drying this, and collecting from an outlet part. In addition, in the manufacture approach of acrylic polymer powder, a spray dryer, an approach, especially conditions, etc. are not restricted other than having specified the range of the air temperature of a spraying method, an oven inlet port, and an outlet.

[0022] Thus, in the manufacture approach of the acrylic polymer of this invention, since [/ the presentation of the acrylic polymer (polymer) obtained], the fine-particles engine performance of acrylic polymer powder controls the presentation of such a polymer by adjusting the temperature in an oven on the basis of MFT of a latex, and specifies the temperature conditions inside an oven like the above using this, and sprays a latex using a spray nozzle, and controls particle size. Therefore, in the manufacture approach of the fine particles of the above-mentioned acrylic polymer powder, it excels in the dispersibility at the time of carrying out melting kneading with other resin, such as fine-particles properties, such as handling nature at the time of fine-particles handling, a fluidity, and blocking resistance, and vinyl chloride resin, and generating of a fish eye can manufacture little acrylic polymer powder.

[0023]

[Example] Based on an example, this invention is explained below. In addition, especially number of copies in an example and the example of a comparison expresses the weight section, as long as there is no notice. After

compounding an acrylic resin constituent and measuring the minimum membrane formation temperature (MFT) of the obtained latex, spray drying was carried out, fine particles were collected, and various physical properties were evaluated. In accordance with oven outlet temperature, oven inlet temperature, and an evaluation result, it is shown in Table 1.

[0024] (Examples 1 and 2 and the examples 1 and 2 of a comparison, and 3)

(1) After teaching the methyl methacrylate 85 section, the butyl methacrylate 15 section, the tert-dodecyl mercaptan 0.003 section, the alkenyl potassium-succinate 1.5 section, and the deionized water 190 section in the synthetic reactor of an acrylic resin constituent and performing a nitrogen purge, the temperature up was started, stirring. Then, when the temperature in a reactor reached 40 degrees C, after having thrown in the mixture of the potassium persulfate 2.0 section and the deionized water 10 section in the reactor, starting the polymerization and holding for 200 minutes, the obtained latex was taken out from the inside of a reactor.

[0025] (2) The measurement minimum membrane formation thermometry equipment (Takabayashirika Co. make) of MFT was used, and MFT of the above-mentioned latex was measured. The measurement temperature conditions at this time were made into 180 degrees C the 20-degree-C and elevated-temperature side the low temperature side. MFT of a latex was 85 degrees C as a result of measurement.

[0026] (3) Spray drying of the spray drying above-mentioned latex was introduced and carried out to the oven. As an atomiser, the pressure nozzle (atomizing pressure 2.4Mpa) was used, using a thing with the body section bore of 3.5m, a body section height [of 4m], and a cone section height of 2.8m as an oven at this time. The latex speed of supply at this time, heating capacity, oven inlet temperature, and outlet temperature are shown in Table 1.

[0027] (4) the median size (a median diameter — usually written as D50.) of weight criteria was measured using the particle-size-distribution evaluation device specified by various physical-properties evaluation [powder mean particle diameter] Japanese Industrial Standards (JIS No. 40). (Particle diameter equivalent to 50% of an addition weight distribution curve)

[0028] Powder was put into the bulk-specific-gravity measuring instrument used by [fine-particles fluidity] JIS-K-6721 50 grs, and the flow condition at the time of removing a damper was observed visually, and it divided into the following five steps and evaluated.

O ... [... Defect [0029]] It is fitness O very much... It is quite fitness **... Good x After carrying out melting kneading of the resin which consists of combination shown below in [fish eye evaluation] for 4 minutes using a 8 inch roll (150 degrees C), the 2.0 sections of acrylic resin powder obtained the account of a top were added, melting kneading was carried out for 5 more minutes, tabular resin was cut off, and the piece for fish eye evaluation of a trial was produced. Then, light was hit from the posterior part of resin and viewing estimated the yield (an individual / 16cm²) of the fish eye per [which is contained in the produced piece of a trial] unit area.

Vinyl chloride resin (n= 1300) 100 section trimellitic acid trioctyl (product made from Kao Soap) trade name T-80 The 80 sections Ba-Zn mold stabilizer (product made from Nissan Ferro trade name less-than-carload-lot-45) The 1.0 sections Epoxidized soybean oil (Product made from Tokyo fine trade name NF-3000) The 5.0 sections Titanium oxide (trade name R-830 by Ishihara Sangyo Kaisha, Ltd.) The 2.0 section Carbon black The 0.1 sections [0030] (Example 4 of an example 3.4 comparison)

(1) After teaching the methyl methacrylate 46 section, the butyl acrylate 9 section, the tert-dodecyl mercaptan 0.01 section, the alkenyl potassium-succinate 1.0 section, and the deionized water 190 section and performing a nitrogen purge, when the temperature up was started and the temperature in a reactor reached in the synthetic reactor of an acrylic resin constituent at 40 degrees C, stirring, the mixture of the potassium persulfate 2.0 section and the deionized water 10 section was thrown in in the reactor, and the polymerization was started. Then, after preparing the mixture of the methyl methacrylate after holding for 120 minutes 37 section, and the butyl acrylate 8 section in the reactor over 60 minutes and holding it for 100 minutes, it took out from the inside of a reactor.

[0031] (2) It carried out by the same approach as the measurement example 1 of MFT. MFT of a latex was 72 degrees C as a result of measurement.

(3) It carried out by the same approach as the spray drying example 1. A latex speed of supply, heating capacity, oven inlet temperature, and outlet temperature are shown in Table 1.

(4) It carried out by the same approach as the various physical-properties evaluation examples 1.

[0032] (An example 5, example 5 of 6 comparison)

(1) After teaching the polyoxyethylene-alkyl-ether phosphite 1.5 section, the potassium-hydroxide 0.01 section, and the deionized water 200 section in the synthetic reactor of an acrylic resin constituent and performing a nitrogen purge, it added stirring the methyl methacrylate 25 section and the KYUME in hydroperoxide 0.003 section, and the temperature up was started. Then, when the temperature in a reactor reached 50 degrees C, it threw in the mixture of the sodium formaldehyde sulfoxylate 0.3 section and the deionized water 10 section in the reactor, started the polymerization, and held for 100 minutes. Then, the mixture of the styrene 30 section, the butyl acrylate 25 section, the tert-dodecyl mercaptan 1.0 section, and the KYUME in hydroperoxide 0.003 section was prepared in the reactor over 100 minutes, and was held for 120 minutes. Then, after preparing the mixture of the methyl methacrylate 20 section and the KYUME high-inside ODORO peroxide 0.003 section in the reactor over 60 minutes and holding it for 100 minutes, it took out from the inside of a reactor.

(2) It carried out by the same approach as the measurement example 1 of MFT. MFT of a latex was 62 degrees C as a result of measurement.

(3) It carried out by the same approach as the spray drying example 1. A latex speed of supply, heating capacity, oven inlet temperature, and outlet temperature are shown in Table 1.

(4) It carried out by the same approach as the various physical-properties evaluation examples 1.

[0033] (Example 6 of a comparison) It carried out by the same approach as an example 3 except having used the oven of a rotation disk spraying method (rotational frequency 15000rpm). Although a result and mean particle diameter were 50 micrometers, it was checked that fines and coarse powder increase and a fluidity falls.

(Example 7 of a comparison) In order to obtain powder with a particle diameter of about 100 micrometers with a rotation disk method, the same approach as the example 4 of a comparison was performed except having made it rotational frequency 6500rpm. The drop which is not dried [a result and] adhered to the wall surface, and was not able to collect the sprayed latexes as whole-quantity desiccation fine particles.

[0034]

[Table 1]

	実施例						比較例						
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	7
最低成膜温度 (°C)	85	85	72	72	62	62	85	85	85	72	62	72	62
ラテックス供給速度 (kg/hr)	45	45	50	50	55	55	45	45	31	50	55	50	55
加熱ガス送風機 (N・m ³ /hr)	850	800	800	850	900	900	1200	1100	850	1000	1000	810	1000
乾燥機入口温度 (°C)	160	185	160	185	160	185	195	205	195	205	205	160	205
乾燥機出口温度 (°C)	70	80	60	80	60	80	120	120	120	105	100	60	100
平均粒子径 D ₅₀ (μm)	95	102	85	91	110	106	96	98	101	88	118	50	(100)
流動性	○	○	○	○	◎	◎	○	○	○	○	◎	×	—
フィッシュアイ量 (個/16cm ²)	65	90	5	18	2	10	1050	1210	1120	285	120	25	—

[0035] These results show that fluid and redispersible high fine particles are obtained in examples 1-6. As compared with this, it turns out that it is inferior to redispersible [of fine particles] in the examples 1-5 of a comparison as which this invention specifies the temperature in an oven and which were made out of range. Moreover, in the example 6 of a comparison which sprayed with the rotation disk, fine particles were unrecoverable in the example 7 of a comparison which was inferior to the fluidity of fine particles, and set up particle diameter greatly using the rotation disk similarly.

[0036]

[Effect of the Invention] As explained above, according to this invention, it excels in fine-particles properties, such as handling nature, a fluidity, and blocking resistance, and excels in redispersible [at the time of melting kneading], and the fine particles of an acrylic polymer with few fish eye yields can be obtained. Acrylic polymer fine particles excellent in such a fine-particles property can be suitably used as workability amelioration agents, such as impact modifiers-proof, such as vinyl chloride resin, polystyrene, a polycarbonate, ABS plastics, acrylic resin, and other various engineer plastics, and lubricant.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-329067

(P2001-329067A)

(43)公開日 平成13年11月27日(2001. 11. 27)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード*(参考)
C 0 8 J 3/12	1 0 1	C 0 8 J 3/12	1 0 1
	C E Y		C E Y
// C 0 8 L 33:04		C 0 8 L 33:04	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁)

(21)出願番号	特願2000-149069(P2000-149069)	(71)出願人	000006035 三菱レイヨン株式会社 東京都港区港南一丁目6番41号
(22)出願日	平成12年5月19日(2000. 5. 19)	(72)発明者	松村 浩二 広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ ン株式会社大竹事業所内
		(72)発明者	鳥谷 明弘 広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ ン株式会社大竹事業所内
		(74)代理人	100064908 弁理士 志賀 正武 (外6名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 アクリル系重合体の製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 ハンドリング性、流動性、耐ブロッキング性などの粉体特性に優れ、かつ他の樹脂との熔融混練時の再分散性に優れ、フィッシュアイの発生量が少ない粉体を得る。

【解決手段】 アクリル系重合体を主成分とする乳化重合ラテックスを、乾燥器内に噴霧するとともに、乾燥器の入口部から乾燥用空気を送り込み、前記ラテックスを乾燥させてアクリル系重合体の粉体を得、この粉体を乾燥器の出口部より回収するアクリル系重合体の製造方法において、上記ラテックスの噴霧をスプレーノズルにより行い、前記乾燥器入口部付近の空気温度を200℃未満とし、かつ乾燥器の出口部付近の空気温度を、上記乳化重合ラテックスの最低成膜温度に30℃を加えた温度未満とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アクリル系重合体を主成分とする乳化重合ラテックスを、乾燥器内に噴霧するとともに、乾燥器の入口部から乾燥用空気を送り込み、前記ラテックスを乾燥させてアクリル系重合体の粉体を得、この粉体を乾燥器の出口部より回収するアクリル系重合体の製造方法において、

上記ラテックスの噴霧をスプレーノズルにより行い、前記乾燥器入口部付近の空気温度を200℃未満とし、かつ乾燥器の出口部付近の空気温度を、上記乳化重合ラテックスの最低成膜温度に30℃を加えた温度未満とすることを特徴とするアクリル系重合体の製造方法。

【請求項2】 上記ラテックスの最低成膜温度が50℃以上であることを特徴とする請求項1に記載のアクリル系重合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、アクリル系重合体を主成分とする乳化重合ラテックスから、アクリル系重合体の粉体を製造する方法に関する。詳しくは、流動性などの粉体特性が良好で、かつ他の樹脂と熔融混練する際の再分散性が良好な粉体を得ることができるアクリル系重合体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】塩化ビニル樹脂等の各種プラスチック製品の改質剤として用いられるアクリル系重合体は、一般に、乳化重合により製造される。そして、乳化重合後のアクリル系重合体は、最終的に他の樹脂と熔融混練して用いられるために、乳化重合後の乳化重合ラテックス（以下、単にラテックスとする）から粉体として回収される。このようなラテックスからアクリル系重合体（ポリマー）を粉体で回収する方法として、ラテックスを直接熱風中に噴霧して乾燥する噴霧乾燥法がある。

【0003】そして、このようにして得られた上記アクリル系重合体の粉体（以下、単に粉体とする場合がある）としては、改質剤として用いるために、次の示すような粉体性能を有することが要求される。

（1）粉体取り扱い時のハンドリング性、流動性、耐ブロッキング性が優れること。（以下、これらの特性を粉体特性とする。）

（2）塩化ビニル樹脂等の他の樹脂と熔融混練した際の分散性（以下、再分散性とする）に優れ、改質剤の未分散物に起因する魚の目状の欠陥（以下、フィッシュアイとする）の発生が少ないこと。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記（1）の粉体特性は、粉体の粒子径が小さい程、また粉体の構造が粗な程悪化するのに対し、上記（2）の再分散性については、逆に粉体の粒子径が小さい程、また粉体の構造が粗な程良好となるものである。したがって、このような両者の

相反する粉体の品質要求を満足できる粉体を得ることができる乾燥装置の運転条件が必要となる。

【0005】例えば、特願平8-169914号公報においては、開始剤と後接触反応したラテックスを噴霧乾燥する方法において、乾燥器の出口温度を、ポリマーのガラス転移温度（以下T_gとする）を基準に設定する方法が記載されている。しかしながら、この方法においては、ラテックスの噴霧方法として、回転ディスクを使用しているため、得られる粉体の粒子径が小さく、流動性に劣るという問題があった。また、この回転ディスクを用いて粒子径の大きな粉体を回収しようすると、微粉、粗粉が増加し粒度分布が極端に広くなり易く、その結果粉体性能の低下を招くことがあった。また、乾燥器の出口温度をポリマーのT_gで規定しているため、粉体の正確な粉体構造の制御ができず、結果、粉体特性および再分散性を良好にすることができないという問題があった。これは、粒子の平均的なT_g（見掛けのT_g）を用いた場合においても同様であった。これは、近年、得られるアクリル系重合体の粉体においては、改質剤としても多様な性能を要求されるため、そのポリマー構造は多層構造を有しているものが多く、このような多層構造体においては、一般的にT_gが特定できないためであると考えられる。

【0006】このように、上記（1）の粉体特性および（2）の再分散性の両特性が優れた粉体を得るのは難しく、このような粉体性能を満足できる粉体を得ることができる乾燥装置の運転条件は、未だ報告されていないのが現状である。

【0007】本発明は前記事情に鑑みてなされたもので、アクリル系重合体を主成分とするラテックスを噴霧乾燥してアクリル系重合体粉末を得るアクリル系重合体の製造方法において、ハンドリング性、流動性、耐ブロッキング性などの粉体特性に優れ、かつ他の樹脂との熔融混練時の再分散性に優れ、フィッシュアイの発生量が少ない粉体を得ることができる運転条件を設定し、各種プラスチック樹脂の改質剤として好適なアクリル系重合体粉末を得ることを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、アクリル系重合体の粉体特性および再分散性は、粉体の粒子径および粉体を構成するポリマー構造に大きく影響されることに着目し、鋭意検討の結果、乾燥器内へのラテックスの噴霧方法に、スプレーノズルを用いることによって噴霧する液滴の粒径を制御すると共に、乾燥器内の温度を特定温度に設定すること、特に、乾燥器の出口付近の温度を、ラテックスの最低成膜温度（以下、MFTとする）を基準に設定することにより、得られるアクリル系重合体の粉体特性と、再分散性を向上できることを見出し本願発明を完成した。即ち、本発明のアクリル系重合体の製造方法は、アクリル系重合体を主成分とする乳化

重合ラテックスを乾燥器内に噴霧するとともに、乾燥器の入口部から乾燥用空気を送り込み、ラテックスを乾燥させてアクリル系重合体の粉体を得、これを乾燥器の出口部より回収するアクリル系重合体粉末の製造方法において、上記ラテックスの噴霧をスプレーノズルにより行い、前記乾燥機入口の空気温度を200℃未満とし、かつ乾燥機出口の空気温度を、上記乳化重合ラテックスの最低成膜温度に30℃を加えた温度未満とすることを特徴とする。また、上記の製造方法においては、噴霧乾燥するラテックスの最低成膜温度が50℃以上であることが好ましい。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。まず、本発明に用いられる乾燥器について説明する。この乾燥器は、少なくとも乳化重合により得られたラテックスを容器内に噴霧導入するスプレーノズルと、噴霧されたラテックスを乾燥させる乾燥用空気を導入する入口部と、空気および乾燥後の粉体の排出口となる出口部とを備えてなるものである。また好ましくは、上記スプレーノズルが乾燥器上部に設けられ、上記入口部が噴霧されたラテックスに乾燥用空気があたるように乾燥器上部に設けられ、上記出口部が乾燥器下部に設けられ、乾燥用空気が乾燥器の上部から下部に下降し流れるようにされたものを用いることが好ましい。また、このような乾燥器の全体形状は特に限定されるものではなく、その容量も特に制限がなく、実験室で使用するような小規模なスケールから、工業的に使用するような大規模なスケールまでいずれにも使用することができる。

【0010】上記スプレーノズルとしては、噴霧するラテックスに0.1～20MPaの圧力をかけ、ノズルから高速で噴出させて微粒化することができる圧力ノズルなどが好ましく用いられる。特に、噴霧するラテックスに旋回流を与えて噴出させる加圧旋回ノズルが好ましい。このスプレーノズルにおいては、ラテックスを微粒化する際の噴霧圧力を調整することによって、得られる粉体の粒子径を調整することができ、所望の粉体性能が得られる粒子径となるように、ラテックスを噴霧することができる。所望の粉体性能が得られる粒子径としては、後述のポリマーの構造にもよるため、そのときのラテックスのMFT等に応じて適宜調整される。またこのような方法によれば、従来例のような回転ディスクを用いた噴霧方式に比較して大きな粒子径の粉体を得ることができる。

【0011】上記乾燥器の入口部分付近の空気温度（以下、入口温度とする）としては、200℃未満であることが好ましく、より好ましくは190℃以下であることが好ましい。200℃より高い場合は、得られる粉体の表面部分の融着が進行し、熔融混練時の再分散性が低下し、フィッシュアイ発生量の増加を招き好ましくない。また、上記入口温度の下限は特に制限はしないが、後述す

る乾燥器出口部の温度が所定の温度範囲内となるように適宜設定され、好ましくは140℃以上とすることが好ましい。上記入口温度が140℃未満であると、乾燥用空気の風量が極端に増加してしまう。

【0012】上記乾燥器の出口部分付近の空気温度（以下、出口温度とする）は、上記ラテックスのMFTに30℃を加えた温度未満であることが好ましい。特に好ましくはMFTに20℃を加えた温度未満とする。ここで、ラテックスのMFTとは、ラテックスからフィルムを製膜する際透明な連続フィルムを形成することが可能な状態になる最低温度のことであり、ラテックス粒子表面のTgを代表する値である。また、MFTは粉体構造の決定因子であるラテックスのポリマー粒子表面の付着力に相関し、前記付着力を示す指標ともなる。

【0013】このように、MFTを基準とした温度設定をすることで粉体のポリマー構造を制御できる、すなわち粉体の流動性および再分散性などの特性を制御することができる。また、多層ポリマー構造とされたラテックスにおいても、同様に粉体の粉体特性および再分散性を制御することができる。よって、乾燥器の出口温度をMFTに30℃を加えた温度未満とすれば、組成の異なるラテックスを乾燥させて粉体を得る場合においても、粉体特性及び再分散性の良好な粉体を得ることができる。上記温度が、ラテックスのMFTに30℃を加えた温度より高い場合、粉体の表面部分の融着が進行して、粉体の熔融混練時の再分散性が低下するためフィッシュアイ発生量の増加を招き好ましくない。また、乾燥器出口の空気温度の下限は、特に制限しないが50℃より高いことが好ましい。50℃以下であると、乾燥不十分な粉末になり好ましくない。

【0014】上記ラテックスのMFTの測定方法としては、まず、水平に設置したアルミニウム製板の両端に、加熱または冷却装置を設け、アルミニウム製板に温度勾配を持たせる。次に、前記温度勾配を持たせたアルミニウム製板の上に、ラテックスを均一に薄く広げ乾燥させた後に、ラテックスが透明な連続フィルムを形成する最低の温度を測定し、これをMFTとする。

【0015】このようにして得られる粉体の粒子径は、粉体のポリマー構造にもよるため、一概に定義できないが、Tg（もしくはMFT）が低いものは本質的に粉体性能が悪いので、ガラス転移温度（もしくはMFT）が高いものに比較し粒子径を大きめに設定する必要がある。よって、粒子径は好ましくは、60～300μm、より好ましくは100～200μmとされる。粒子径が60μm未満では、微粉の増加などにより、粉体のハンドリング性、流動性、耐ブロッキング性の低下を招き、300μmを超えると、塩化ビニル樹脂などの樹脂粉末と混合する際、分級し易くなり均一に混合できなくなる。

【0016】上記アクリル系重合体粉末の製造方法おい

て用いられるアクリル系重合体を主成分とする乳化重合ラテックスは、特に制限されないが、MFTが20℃以上のものが好ましい。MFTが20℃より低い場合は、乾燥器出口温度が50℃以下となり乾燥不十分となる。このようなラテックスは、具体的に、メチルアクリレート、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、プロピルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、アリルアクリレート、グリシジルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、ブチルメタクリレート、プロピルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、アリルメタクリレート、グリシジルメタクリレート、アクリルアミド、アクリロニトリルなどのアクリル系単量体を1種又は2種以上を共重合、シード重合、またはグラフト重合し複合化した樹脂組成物のことである。好ましくは、上記アクリル系単量体を50重量%以上含むことが好ましい。

【0017】また、上記アクリル系単量体以外の単量体として、スチレン、 α -メチルスチレン、1,3ブタジエン、酢酸ビニル、ビニルピリジン等乳化重合に使用できる単量体を少量組み合わせ使用することも可能である。その他、ジビニルベンゼン、1-3ブチレンジメタクリレート、アリルメタクリレート、グリシジルメタクリレートなどの架橋剤、メルカプトタン類、テレペン類といった連鎖移動剤を併せて使用することも可能である。

【0018】上記アクリル系重合体の乳化重合に使用する重合開始剤としては、特に限定されないが過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウムなどの水溶性過硫酸、ジイソプロピルベンゼンヒドロパーオキシド、p-メンタンヒドロパーオキシド、キュメインヒドロパーオキシド、t-ブチルヒドロパーオキシドなどの有機過酸過物を一成分としたレドックス系開始剤を使用できる。

【0019】上記アクリル系重合体の乳化重合に使用する乳化剤としては、特に限定されないが不均化ロジン酸、オレイン酸、ステアリン酸などの高級脂肪酸のアルカリ金属塩、ドデシルベンゼンスルホン酸などのスルホン酸アルカリ金属塩を1種又は2種以上を組み合わせ使用できる。上記アクリル系重合体の粉体の製造方法に使用されるラテックスの乳化重合方法や乳化重合条件に特に制限はなく、従来公知の方法や条件において実施することができる。

【0020】また、上記ラテックスは単独でも良いが、複数のラテックスの混合物であっても良い。また、乾燥器内での酸化防止のため噴霧するラテックスに適当な酸化防止剤や添加剤等を加え、噴霧乾燥することもできる。更には、得られるアクリル系重合体粉体の耐ブロッキング性、嵩比重等の粉体性能を向上させるためシリカ、タルク、炭酸カルシウム、などの無機質充填剤やポリアクリレート、ポリビニルアルコール、ポリアクリルアミド等を添加して噴霧乾燥することもできる。

【0021】本発明のアクリル系重合体の製造方法においては、上記温度調整された乾燥器内に、上記スプレーノズルにより上記乳化重合ラテックスを噴霧し、これを乾燥して出口部分から回収することにより、所望の粉体性能を有するアクリル系重合体の粉体を得ることができる。なお、アクリル系重合体粉末の製造方法においては、噴霧方式、乾燥器入口、出口の空気温度の範囲を規定した以外は噴霧乾燥装置、方法、条件などは特に制限されるものではない。

【0022】このように、本発明のアクリル系重合体の製造方法においては、アクリル系重合体粉末の粉体性能が、得られるアクリル系重合体（ポリマー）の組成に係ることから、このようなポリマーの組成を、ラテックスのMFTを基準として乾燥器内の温度を調整することで制御し、これを利用して上記のごとく乾燥器内部の温度条件を特定し、またラテックスをスプレーノズルを用いて噴霧して粒径を制御するものである。よって、上記アクリル系重合体粉末の粉体の製造方法においては、粉体取り扱い時のハンドリング性、流動性、耐ブロッキング性等の粉体特性、および塩化ビニル樹脂等の他の樹脂と熔融混練した際の分散性に優れ、フィッシュアイの発生が少ないアクリル系重合体粉末を製造することができる。

【0023】

【実施例】以下実施例にもとづき本発明を説明する。なお、実施例、比較例中の部数は特にことわりがない限り重量部を表すものである。アクリル系樹脂組成物の合成を行い、得られたラテックスの最低成膜温度（MFT）を測定後、噴霧乾燥し粉体を回収して、各種物性の評価を行った。乾燥器出口温度、乾燥器入口温度、評価結果をあわせて表1に示す。

【0024】（実施例1、2及び比較例1、2、3）

（1）アクリル系樹脂組成物の合成

反応器内に、メチルメタクリレート85部、ブチルメタクリレート15部、tert-ドデシルメルカプトタン0.003部、アルケニルコハク酸カリウム1.5部、脱イオン水190部を仕込み、窒素置換を行った後、攪拌しながら昇温を開始した。その後、反応器内の温度が40℃に到達した時点で過硫酸カリウム2.0部、脱イオン水10部の混合物を反応器内に投入し重合を開始し、200分保持した後、得られたラテックスを反応器内より取り出した。

【0025】（2）MFTの測定

最低成膜温度測定装置（高林理化（株）製）を使用して、上記ラテックスのMFTを測定した。このときの測定温度条件を、低温側20℃、高温側180℃とした。測定の結果、ラテックスのMFTは85℃であった。

【0026】（3）噴霧乾燥

上記ラテックスを乾燥器に導入し噴霧乾燥した。このときの乾燥器としては、直胴部内径3.5m、直胴部高

さ4m、コーン部高さ2.8mのものを用い、噴霧装置としては、加圧ノズル（噴霧圧力 2.4Mpa）を用いた。このときのラテックス供給速度、加熱ガス量、乾燥器入口温度、出口温度を表1に示す。

【0027】（4）各種物性評価

【粉末平均粒子径】日本工業規格（JIS 第40号）によって規定されている粒度分布評価機器を用い、重量基準のメジアン径（中位径、通常D50と表記される。）を測定した。（積算重量分布曲線の50%にあたる粒子径）

【0028】【粉体流動性】JIS-K-6721で用いられるかさ比重測定器に粉末を50gr入れ、ダンパーを外した際の流動状態を目視で観察し、次の5段階に

塩化ビニル樹脂（n=1300）

トリメリット酸トリオクチル（花王石鹼（株）製 商品名T-80） 100部

Ba-Zn型安定剤（日産フェロ（株）製 商品名LTL-45） 80部

エポキシ化大豆油（東京ファイン（株）製 商品名NF-3000） 1.0部

酸化チタン（石原産業（株）製 商品名R-830） 5.0部

カーボンブラック 2.0部

0.1部

【0030】（実施例3.4 比較例4）

（1）アクリル系樹脂組成物の合成

反応器内に、メチルメタクリレート46部、ブチルアクリレート9部、tertドデシルメルカプタン0.01部、アルケニルコハク酸カリウム1.0部、脱イオン水190部を仕込み、窒素置換を行った後、攪拌しながら昇温を開始し、反応器内の温度が、40℃に到達した時点で過硫酸カリウム2.0部、脱イオン水10部の混合物を反応器内に投入し重合を開始した。その後、120分保持した後、メチルメタクリレート37部、ブチルアクリレート8部の混合物を60分かけて反応器内に仕込み100分保持した後反応器内より取り出した。

【0031】（2）MFTの測定

実施例1と同様の方法で行った。測定の結果、ラテックスのMFTは72℃であった。

（3）噴霧乾燥

実施例1と同様の方法で行った。ラテックス供給速度、加熱ガス量、乾燥器入口温度、出口温度を表1に示す。

（4）各種物性評価

実施例1と同様の方法で行った。

【0032】（実施例5、6 比較例5）

（1）アクリル系樹脂組成物の合成

反応器内に、ポリオキシエチレンアルキルエーテルホスファイト1.5部、水酸化カリウム0.01部、脱イオン水200部を仕込み、窒素置換を行った後、メチルメタクリレート25部、キュメインハイドロパーオキサイド0.003部を攪拌しながら添加し昇温を開始した。その後、反応器内の温度が、50℃に到達した時点でナトリウムホルムアルデヒドスルホキシレート0.3部、

分けて評価した。

◎・・・極めて良好

○・・・かなり良好

△・・・良好

×・・・不良

【0029】【フィッシュアイ評価】以下に示す配合からなる樹脂を、8インチロール（150℃）を使用し4分間熔融混練した後、上記得られたアクリル樹脂粉末を2.0部添加し更に5分間熔融混練して板状の樹脂を切り取りフィッシュアイ評価用試片を作製した。その後、作製した試片中に含まれる単位面積当たりのフィッシュアイの発生量（個/16cm²）を樹脂の後部から光をあてて目視により評価した。

100部

80部

1.0部

5.0部

2.0部

0.1部

脱イオン水10部の混合物を反応器内に投入し重合を開始し、100分保持した。その後、スチレン30部、ブチルアクリレート25部、tertドデシルメルカプタン1.0部、キュメインハイドロパーオキサイド0.003部の混合物を100分かけて反応器内に仕込み120分保持した。その後、メチルメタクリレート20部、キュメインハイドロパーオキサイド0.003部の混合物を60分かけて反応器内に仕込み100分保持した後反応器内より取り出した。

（2）MFTの測定

実施例1と同様の方法で行った。測定の結果、ラテックスのMFTは62℃であった。

（3）噴霧乾燥

実施例1と同様の方法で行った。ラテックス供給速度、加熱ガス量、乾燥器入口温度、出口温度を表1に示す。

（4）各種物性評価実施例1と同様の方法で行った。

【0033】（比較例6）回転ディスク噴霧方式（回転数15000rpm）の乾燥器を用いた以外は、実施例3と同様の方法で行なった。結果、平均粒子径は50μmであったが、微粉、粗粉が増加し流動性が低下することが確認された。

（比較例7）回転ディスク方式により粒子径100μm程度の粉を得るため、回転数6500rpmにした以外は比較例4と同様の方法を行なった。結果、未乾燥の液滴が壁面に付着し、噴霧したラテックスを全量乾燥粉体として回収できなかった。

【0034】

【表1】

	実施例						比較例						
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6	7
最低成膜温度 (°C)	85	85	72	72	62	62	85	85	85	72	62	72	62
ラテックス供給速度 (kg/hr)	45	45	50	50	55	55	45	45	31	50	55	50	55
加熱ガス送風機 (N・m ³ /hr)	850	800	800	850	900	900	1200	1100	850	1000	1000	810	1000
乾燥機入口温度 (°C)	160	185	160	185	160	185	195	205	195	205	205	160	205
乾燥機出口温度 (°C)	70	80	60	80	60	80	120	120	120	105	100	60	100
平均粒子径 D ₅₀ (μm)	95	102	85	91	110	106	96	98	101	88	118	50	(100)
流動性	○	○	○	○	◎	◎	○	○	○	○	◎	×	—
フィッシュアイ量 (個/16cm ²)	65	90	5	18	2	10	1050	1210	1120	285	120	25	—

【0035】これらの結果から、実施例1～6においては、流動性および再分散性の高い粉体を得られることがわかる。これに比較して、乾燥器内の温度を本発明の規定する範囲外とした比較例1～5においては、粉体の再分散性に劣ることがわかる。また、回転ディスクにより噴霧を行った比較例6においては、粉体の流動性に劣り、また、同様に回転ディスクを用い、粒子径を大きく設定した比較例7においては、粉体を回収することができなかった。

【0036】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、ハンドリング性、流動性、耐ブロッキング性などの粉体特性に優れ、かつ熔融混練時の再分散性に優れ、フィッシュアイ発生量が少ないアクリル系重合体の粉体を得ることができる。このような粉体特性に優れたアクリル系重合体粉体は、塩化ビニル樹脂、ポリスチレン、ポリカーボネート、ABS樹脂、アクリル樹脂、その他各種エンジニアプラスチックなどの耐衝撃改質剤、滑剤等の加工性改良剤として、好適に用いることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 武井 精二
神奈川県川崎市多摩区登戸3816番地 三菱
レイヨン株式会社東京技術・情報センター
内

(72)発明者 大須賀 正宏
神奈川県川崎市多摩区登戸3816番地 三菱
レイヨン株式会社東京技術・情報センター
内

Fターム(参考) 4F070 AA32 AC12 AE28 DA34 DC07
DC11